

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11157995 A**(43) Date of publication of application: **15 . 06 . 99**

(51) Int. Cl. **C30B 29/06**
C30B 15/00
H01L 21/208

(21) Application number: **09318704**(22) Date of filing: **19 . 11 . 97**(71) Applicant: **SUMITOMO SITIX CORP**

(72) Inventor: **HORAI MASATAKA**
EGASHIRA KAZUYUKI
TANAKA TADAMI

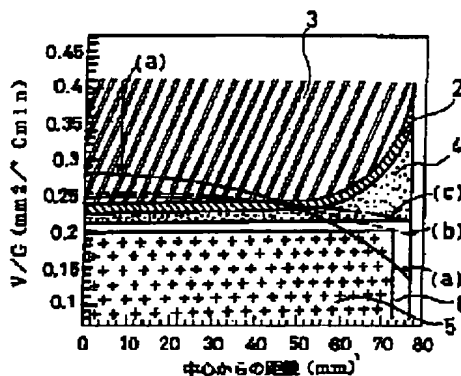
(54) PRODUCTION OF SILICON SINGLE CRYSTAL WAFER**(57) Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce silicon single crystal wafers that have excellent device properties via the Czochralski process.

SOLUTION: (1) Relating to the production process for silicon single crystal with an oxygen concentration of $\leq 13 \times 10^{17}$ atoms/cm³ by the Czochralski process, the latent area of the oxidation-induced lamination defects revealing in a ring form inside the crystal face is controlled to 70% to 0% of the crystal diameter, and the V/G value is controlled to be \approx a prescribed limit value in the radial direction except the outermost periphery, when the pulling-up rate is set to V (mm/min) and the temperature ingredient in the direction of the lifting up shaft is set to G ($^{\circ}$ C/mm). (2) The pulling up speed is more increased to ≈ 1.0 mm/min, when the silicon single crystal of $\approx 13 \times 10^{17}$ atoms/cm³ oxygen concentration is produced. In the production of silicon single crystal wafers, the temperature ingredient G in the crystal in the lifting up direction is calculated by the heat transfer calculation and the V/G limit value is

made to 0.20 mm²/ $^{\circ}$ C. min and the operation is controlled so that the V/G value may exceed this value.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-157995

(43) 公開日 平成11年(1999) 6月15日

(51) Int.Cl.⁶
C 3 0 B 29/06
15/00
H 0 1 L 21/208

識別記号
5 0 2

F I
C 3 0 B 29/06 5 0 2 H
15/00 Z
H 0 1 L 21/208 P

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平9-318704

(22) 出願日 平成9年(1997)11月19日

(71) 出願人 000205351

住友シチックス株式会社
兵庫県尼崎市東浜町1番地

(72) 発明者 宝来 正隆

佐賀県杵島郡江北町大字上小田2201番地住
友シチックス株式会社内

(72) 発明者 江頭 和幸

佐賀県杵島郡江北町大字上小田2201番地住
友シチックス株式会社内

(72) 発明者 田中 忠美

佐賀県杵島郡江北町大字上小田2201番地住
友シチックス株式会社内

(74) 代理人 弁理士 森 道雄 (外1名)

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶ウェーハの製造方法

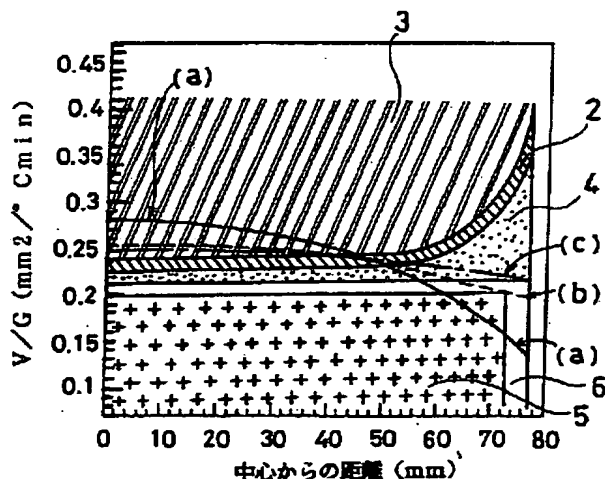
(57) 【要約】

【課題】 チョクラルスキー法によってデバイス特性に優れたシリコン単結晶ウェーハを製造する。

【解決手段】 (1) チョクラルスキー法によって酸素濃度が 13×10^{17} atoms/cm³ 未満であるシリコン単結晶を製造する方法であって、結晶面内にリング状に現れる酸化誘起積層欠陥の潜在領域の半径が結晶半径の70%~0%の範囲になるようにして、かつ、引き上げ速度を V (mm/min) とし、引き上げ軸方向の結晶内温度勾配を G (°C/mm) とするとき、 V/G 値を結晶の最外周部を除く径方向位置において所定の限界値以上で制御することを特徴とするシリコン単結晶ウェーハの製造方法。

(2) 酸素濃度が 13×10^{17} atoms/cm³ 以上であるシリコン単結晶を製造する場合には、さらに引き上げ速度を1.0mm/min以上とすることを特徴とするシリコン単結晶ウェーハの製造方法。

上記シリコン単結晶ウェーハの製造方法において、引き上げ軸方向の結晶内温度勾配 G を伝熱計算によって算出し、 V/G の限界値を $0.20 \text{ mm}^2/\text{°C} \cdot \text{min}$ として、 V/G 値をそれ以上になるように制御するのが望ましい。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラスキー法によって酸素濃度が 13×10^{17} atoms/cm³未満であるシリコン単結晶を製造する方法であって、結晶面内にリング状に現れる酸化誘起積層欠陥の潜在領域の半径が結晶半径の70%~0%の範囲になるようにして、かつ、引き上げ速度をV (mm/min)とし、シリコン融点から1300℃までの範囲内の特定温度域における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配をG (℃/mm) とするとき、V/G値 (mm²/℃・min) を結晶の最外周部を除く径方向位置において所定の限界値以上で制御することを特徴とするシリコン単結晶ウェーハの製造方法。

【請求項2】 チョクラスキー法によって酸素濃度が 13×10^{17} atoms/cm³以上であるシリコン単結晶を製造する方法であって、結晶面内にリング状に現れる酸化誘起積層欠陥の潜在領域の半径が結晶半径の70%~0%の範囲になるようにして、かつ、引き上げ速度をV (mm/min)とし、シリコン融点から1300℃までの範囲内の特定温度域における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配をG (℃/mm) とするとき、V/G値 (mm²/℃・min) を結晶の最外周部を除く径方向位置において所定の限界値以上で制御し、さらに引き上げ速度を1.0mm/min以上とすることを特徴とするシリコン単結晶ウェーハの製造方法。

【請求項3】 上記の結晶内温度勾配Gを伝熱計算によって1300℃と1400℃での温度勾配の平均値から算出し、上記の限界値を0.20mm²/℃・minとしてV/G値をそれ以上にすることを特徴とする請求項1または2記載のシリコン単結晶ウェーハの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、半導体デバイスとして使用されるシリコン単結晶の製造方法に関し、さらに詳しくは、チョクラスキー法（以下、CZ法という）によって、有害な Grown-in 欠陥のない高品質なシリコン単結晶ウェーハを製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 半導体材料に用いられるシリコン単結晶を育成させる方法として種々の方法があるが、なかでもCZ法が多用されている。CZ法によって製造されたシリコン単結晶ウェーハは、酸性雰囲気下で、熱酸化処理（例えば、1000~1200℃×1~10時間）を受けたとき、リング状に現れる酸化誘起積層欠陥（以下、OSFリングという）が発生する場合がある。このようにOSFリングが潜在的に発生する領域は、育成中の引き上げ速度 (mm/min) の影響を受け、引き上げ速度を小さくしていくと、OSFリングが現われる領域が結晶の外周側から内側に収縮していく。言い換えると、高速で単結晶を育成するとOSFリングの内側領域がウェーハ全体に広がることになり、低速で育成するとOSFリングの外側領域がウェーハ全体に広がる。

【0003】 CZ法で製造された単結晶ウェーハのOSFリングの内側領域には、空孔の集合体と推定される八面体ボイドが生成し、MOS型LSIを製造する場合にゲート活性領域ではゲート酸化膜の耐圧特性を劣化させ、素子分離領域では分離不良を生じ、さらにトレンチキャパシターを用いる場合にはキャパシター間のパンチスルー等の特性不良を招くことが明らかにされている（例えば、山本秀和・小山浩：応用物理、66, 662(1997)）。

【0004】 このような問題に対応するため、従来から多くの方法が提案されている。まず、特開平2-267195号公報では、CZ法によって直径100mm以上のシリコン単結晶を製造する際に、引き上げ速度を0.8mm/min以下にする方法が提案されている。すなわち、引き上げ速度を0.8mm/min以下という低速に設定することによって、OSFリングが発生するであろう位置を結晶外周部から収縮させて、結晶の中心部で消滅させるようにしている。この方法によれば、OSFリングの外側領域では酸化膜耐圧が良好であることから、引き上げ速度の低下にともなって酸化膜耐圧特性を向上させることができるとしている。

【0005】 しかし、ここで提案された方法では、確かに酸化膜耐圧特性は良好になるが、引き上げ速度が約0.4~0.8mm/minの範囲では、熱酸化処理にともなってOSFリングの領域に酸化誘起積層欠陥（以下、OSFという）の発生があり、さらに引き上げ速度を約0.4mm/minより小さくすると、OSFリングの外側領域に発生する転位クラスタによる特性劣化の問題が生じる。

【0006】 次に、特開平9-202690号公報では、ウェーハ面積比で50%以上、または外周から30mm以上の領域が耐圧劣化や耐圧不良のない無欠陥領域であるシリコン単結晶ウェーハと、これを育成するため、引き上げ速度が炉固有の最大引き上げ速度に対し80~60%の引き上げ速度で製造する方法が開示されている。そして、この方法によれば、低酸素（17ppma (JEIDA)、 13×10^{17} atoms/cm³相当）であることから、後述するように、OSFの潜在核の形成がなく、デバイス工程での熱酸化処理によってもOSFの発生はない。

【0007】 上記の開示によれば、酸化膜耐圧の劣化や不良のない無欠陥領域においてFPD、LSTDおよびOSFがないことは明記されているが、転位クラスタに関する記述はない。すなわち、上記の製造条件では、OSFリングの外側領域に転位クラスタが発生することが考慮されておらず、これを防止するための手段や方法も開示されていない。このため、OSFリングの外側領域の酸化膜耐圧特性は良好であるが、転位クラスタの発生によって、PN接合リーク等の特性不良を招くことは明らかである。

【0008】 最後に、特開平8-330316号公報では、単結晶育成時の引上げ速度と結晶内の温度勾配を制御して、転位クラスタを生成させることなく、OSFリングの外側領域のみを結晶全面に拡げる方法が提案されている。しかし、提案の方法では極めて限定された面内の温度勾

配の分布と引上げ条件が同時に要求されるので、今後、一層大口径化し、大量生産を要求されるシリコン単結晶の育成において、新たな改善が要求される。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上述した従来のCZ法によるシリコン単結晶の製造方法に関する問題に鑑みてなされたものであり、ウェーハ面内のOSFリングの潜在的な発生領域でのOSFの発生を無くすとともに、OSFリングの外側領域での転位クラスタの発生を抑制することができ、しかも許容される製造条件が比較10 的広く、生産性の低下がないシリコン単結晶ウェーハの製造方法を提供することを目的としている。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明は、上述の課題を解決するためになされたものであり、下記(1)および(2)のシリコン単結晶ウェーハの製造方法を要旨としている。

【0011】(1) CZ法によって酸素濃度が 13×10^{17} atoms/cm³未満であるシリコン単結晶を製造する方法であって、結晶面内にリング状に現れる酸化誘起積層欠陥の潜在領域の半径が結晶半径の70%~0%の範囲になるようにして、かつ、引き上げ速度をV (mm/min) とし、シリコン融点から1300℃までの範囲内の特定温度域における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配をG (℃/mm) とするとき、V/G値 (mm²/℃・min) を結晶の最外周部を除く径方向位置において所定の限界値以上で制御することを特徴とするシリコン単結晶ウェーハの製造方法。20

【0012】(2) CZ法によって酸素濃度が 13×10^{17} atoms/cm³以上であるシリコン単結晶を製造する方法であって、結晶面内にリング状に現れる酸化誘起積層欠陥の潜在領域の半径が結晶半径の70%~0%の範囲になるようにして、かつ、引き上げ速度をV (mm/min) とし、シリコン融点から1300℃までの範囲内の特定温度域における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配をG (℃/mm) とするとき、V/G値 (mm²/℃・min) を結晶の最外周部を除く径方向位置において所定の限界値以上で制御し、さらに引き上げ速度を1.0mm/min以上とすることを特徴とするシリコン単結晶ウェーハの製造方法。30

【0013】上記(1)および(2)のシリコン単結晶ウェーハの製造方法において、引き上げ軸方向の結晶内温度勾配Gを伝熱計算によって1300℃と1400℃での温度勾配の平均値から算出し、V/Gの限界値を0.20mm²/℃・minとして、V/G値をそれ以上になるように制御するのが望ましい。ここで、所定の限界値とは、後述するように、結晶面内に転位クラスタが発生しないように制御し得る限界を意図している。40

【0014】前述の通り、CZ法で育成されたシリコン単結晶ウェーハは、デバイス工程における酸化性雰囲気下での高温熱処理によって、潜在的なOSFリングの発生領域にOSFが発生する場合がある。これは結晶中のOSFリ50

ングの発生領域に存在する酸素析出核が、上記の高温熱処理によって成長し、2次欠陥としてOSFを誘起するためである。以下の本発明の説明において、OSFがリング状に発生する領域、言い換えると、OSFの潜在核がリング状に存在する領域を、単に「OSFリングの発生領域」または「OSFリングの発生位置」と表現する。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明者らは、本発明の目的を達成するため、CZ法による単結晶の育成条件を改善して、ウェーハ面内のOSFリングの発生領域を中心に近い特定範囲に限定し、OSFリングの外領域に近接して存在する析出促進領域や無欠陥領域をウェーハの広い領域に拡大させることに着眼し、種々の検討を行った。

【0016】まず、OSFリングの発生位置に関して、引き上げ速度をV (mm/min) とし、シリコン融点から1300℃までの範囲内の特定温度域における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配をG (℃/mm) とするとき、V/Gの比の影響を受けることを明らかにした。同一の構造を有する製造装置では、OSFリングの半径は単結晶の引き上げ速度に依存するが、ホットゾーン構造が変化すると、同一の引き上げ速度であってもOSFリングの半径が異なる。しかし、上記のV/G値を適切に制御することによって、OSFリングの半径をほぼ一義的に定めることができ、OSFリングの発生領域を調整できる。

【0017】上記の温度勾配G (℃/mm) の算出に必要な結晶内の温度分布は、次の①~③の方法によって実測或いは伝熱計算から求めることができる。まず、①模擬実験で、結晶内に熱伝対を挿入して結晶内の温度を実測する方法がある。また、②引き上げられる結晶の特定部位の表面温度を光学的に測定し（例えば、CCDカメラ）、実測された表面温度と上記の実測値との相関から、結晶内部の温度を推定する方法もある。さらに、③各種の実測可能な温度、物性値から、総合的な伝熱解析を加えて結晶内部の温度を計算する方法がある（例えば、S. Miyahara他：J. Cryst. Growth 99, 696 (1990)、T. Fujiwara他：J. Cryst. Growth 128, 275 (1993)）。

【0018】本発明においては、上記の①~③のいずれによって温度勾配G (℃/mm) を算出してもよいが、伝熱解析を行う場合には、融液内の対流による温度分布への影響が反映されないと、実際と異なる固液界面の形状が得られ、結晶内の温度分布も実際のものと異なってくる。そのため、伝熱解析に際しては、特に高温部での正確な温度分布を得るため、固液界面の形状を実際の結晶から計測し、これから伝熱解析での境界条件を修正して、結晶内部の軸方向の温度分布を計算する必要がある。

【0019】本発明者らは、温度勾配G (℃/mm) の算出に際して、上記③の方法で引き上げ方向に平行な同一軸上の1400℃と1300℃での温度勾配を求め、これらの平均値からG (℃/mm) を算出した。そののち、引き上げ

速度 V (mm/min) との関係で、 V/G 値を求めて、ウェーハ面内における欠陥分布に及ぼす影響を調査した。ここで説明した温度勾配 G ($^{\circ}\text{C}/\text{mm}$) の算出方法は、本発明の実施に当たり結晶内の温度勾配の算出方法を規定するものでなく、また、これらに限定するものでもない。

上記の温度勾配 G ($^{\circ}\text{C}/\text{mm}$) の算出によれば、転位クラスタの発生しない結晶を得るには、 V/G の限界値は $0.20\text{mm}^2/^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}$ となり、 V/G 値をそれ以上に制御する必要があることが分かる。すなわち、 V/G 値を $0.20\text{mm}^2/^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}$ 以上にすれば、ウェーハ面に転位クラスタが発生することがない。

【0020】しかしながら、温度勾配 G ($^{\circ}\text{C}/\text{mm}$) の算出方法が異なれば、転位クラスタを発生させないための V/G の限界値も異なってくる。そのため、温度勾配 G ($^{\circ}\text{C}/\text{mm}$) の算出方法ごとに、実験的に転位クラスタの発生しない V/G の限界値を求めて、 V/G 値をこれを基準として、それ以上に制御することによって、転位クラスタの発生しない結晶を得ることができる。このような制御の一例を、本発明者らが実施した、ウェーハ面内における欠陥分布に及ぼす V/G 値の影響を調査した伝熱解析に基づいて説明する。

【0021】図1は、ウェーハ中心からの径方向位置を横軸とし、 V/G 値を縦軸としてウェーハ面内に現れる欠陥分布を示す図である。図1に示すように、ウェーハ1の面内にはOSFリング2を中心にして、内側領域3と外側領域とに区分されている。さらにOSFリングの外側領域は、析出促進領域4、転位クラスター領域5および無欠陥領域6とに分かれる。転位クラスター領域5ではデバイス特性の低下が懸念されるが、析出促進領域4および無欠陥領域6ではそのような問題はない。析出促進領域4は、酸化膜耐圧を劣化させるボイド欠陥やPN接合リークを招く転位クラスタの発生がないが、 800°C 程度以下の低温熱処理によって酸素析出が起こる領域である。また、無欠陥領域6は、前記のボイド欠陥、転位クラスタおよび低温熱処理による酸素析出も起こらない領域である。

【0022】図1から明らかなように、 V/G 値が $0.20\text{mm}^2/^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}$ 未満になると、径方向のほぼ全域において転位クラスタが発生する。ただし、外周部の表層は除かれる。通常、このように転位クラスタが発生しない外周部は、最外周から 5mm 程度の範囲である。 V/G 値が大きくなるに従い、OSFリングの外側領域には、析出促進領域4および無欠陥領域6が広がる。したがって、OSFリングの外側領域に転位クラスタを発生させないためには、最外周部を除いた部分で V/G 値を $0.20\text{mm}^2/^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}$ 以上に設定する必要がある。

【0023】一方、1枚のシリコン単結晶ウェーハから製造できるデバイスの歩留まりを向上させるため、結晶面内に現れるOSFリングの半径が結晶半径の70%~0%の範囲になるようにする。通常、ウェーハ面内に発生する

OSFリングは、数 mm ~ 10mm 程度の幅を有する。したがって、OSFリングの半径が結晶半径の70%になるとは、OSFリングの外周が結晶半径の70%に該当する場合であり、OSFリングの半径が結晶半径の0%になるとは、OSFリングが中心部で消滅する場合である。

【0024】OSFリングの半径を結晶半径の70%~0%の範囲になるようにするには、本発明者らの検討結果によれば、CZ法による製造装置固有の最大引き上げ速度 V_{max} に対して、作業時の平均の引き上げ速度 V を70%~40%の範囲で制御すればよい。ここで、固有の最大引き上げ速度 V_{max} とは、それを超えて引き上げ速度を上げると育成される結晶の外径が変形して、円形が維持されない速度を言う。したがって、最大引き上げ速度 V_{max} は製造装置固有の数値であり、ホットゾーンの構造が変わることによって変化するものである。

【0025】図2は、OSFリングの半径を結晶半径の70%~0%の範囲内で、ほぼ一定の半径に発生させた場合の欠陥の分布状況を示す図である。図2の(a)、(b)および(c)は異なる製造装置で、固有の最大引き上げ速度 V_{max} に対して、作業時の平均の引き上げ速度 V を制御してOSFリングの発生位置をほぼ一定にしたものである。(a)では、OSFリング2の外側領域に析出促進領域4が近接して存在しているが、その外側に無欠陥領域6と転位クラスタ領域5が広がっている。これに対し、(b)および(c)では転位クラスタ領域5の発生がなかった。

【0026】上記のように、OSFリングの発生位置がほぼ一定であっても欠陥分布が相違するのは、製造装置のホットゾーンの構造に起因して V/G の分布が異なるからである。前記図1中に、図2の(a)、(b)および(c)に対応したウェーハ中心からの径方向位置と結晶温度 1400°C と 1300°C での温度勾配の平均値 G とした場合の V/G の分布を示している。図2の(b)および(c)のように、OSFリングの外側領域に転位クラスタを発生させないためには、特定のホットゾーン構造の製造装置において最外周部を除く径方向の位置で V/G 値を $0.20\text{mm}^2/^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}$ 以上に設定する必要があることが分かる。

【0027】以上説明したように、CZ法で製造されたシリコン単結晶ウェーハは、OSFリングの半径が結晶半径の70%~0%の範囲になり、結晶の径方向の V/G 値が転位クラスタが発生しない領域を横切るようにホットゾーン内の温度分布を調整すれば、OSFリングの外側領域に転位クラスタが存在せず、デバイス特性を低下させることのない、優れた品質のウェーハとなる。

【0028】ところで、CZ法で育成されるシリコン単結晶は、構造的に熔融原料を収容する石英坩堝から溶出する酸素不純物を含有することになる。シリコン単結晶中の酸素含有量が $13\times 10^{17}\text{atoms}/\text{cm}^3$ 以上になると、デバイスプロセスでの酸化性雰囲気下での高温熱処理によって、OSFリングの発生領域でOSFが誘起されることがある。このようなOSFは種々のデバイス特性の劣化要因と

なるため、デバイス歩留まりを低下させることになる。しかし、シリコン単結晶が含有する酸素濃度が 13×10^{17} atoms/cm³未満である場合には、上記の熱処理によって、OSFリングの発生領域でOSFは誘起されない。このようにOSFが顕在化しないのは、育成時に単結晶中に形成される析出核が、酸素濃度が低いために成長できず、OSFを誘起するのに十分なサイズにならないためである。

【0029】一方、酸素濃度が 13×10^{17} atoms/cm³以上である場合には、OSFリングの発生領域でOSFが誘起されることを想定しなければならない。しかし、この場合には、シリコン単結晶を育成する際に、引き上げ速度を1.0mm/min以上にすることによって、OSFの発生を抑制することができる。すなわち、結晶育成時の冷却過程における、リング領域でOSFの発生核となる酸素析出核が形成される温度範囲が約1000℃から850℃であり、引き上げ速度を1.0mm/min以上にすることによって、酸素析出核が形成される温度範囲を早く通過させることができ、OSFの潜在核の成長を抑制できるからである。

【0030】

【実施例】本発明の効果を、実施例1および2に基づいて説明する。

【0031】（実施例1）18" 石英坩堝およびカーボン坩堝が設置された6" 単結晶の育成が可能なCZ炉を用いて、単結晶の引上げを行った。このとき、坩堝の周囲に設置された円筒状のカーボンヒーターと坩堝との相対位置、育成される結晶の周囲に設置されたカーボンからなる厚さ5mm、開口径200mmの半円錐形状の輻射遮蔽体の先端と融液表面との距離、ヒータ周囲の断熱材構造等の条件を総合伝熱解析によって検討し、引き上げ速度V (mm/min) と引き上げ軸方向の結晶内温度勾配G (℃/mm) との比、V/G値を定めた。ただし、温度勾配Gは結晶温度1400℃と1300℃での温度勾配の平均とした。

【0032】図3は、実施例1で用いた2種のホットゾーンA、BのV/G (mm²/℃・min) 値を示す図である。最大引き上げ速度は、ホットゾーンAでは1.8mm/min、ホットゾーンBでは1.4mm/minであった。

【0033】石英坩堝に高純度多結晶シリコンを65kg入れ、ボロンをドーピングして、多結晶シリコンを加熱溶解した後、直径150mm (6") の結晶成長方位が<100>で、抵抗率が約10Ωcmの単結晶を、ホットゾーンAおよびBを用いて育成した。ホットゾーンAによる単結晶の育成では、肩下100mmで引上速度を1.8mm/minにし、肩下500mmで0.4mm/minになるように一定の割合で徐々に引き上げ速度を低下させた。また、ホットゾーンBによる育成では、肩下100mmで1.4mm/minにし、肩下500mmで0.4mm/minになるように引き上げ速度を徐々に低下させた。その後、これらの結晶は肩下500mm以降を0.4mm/minの引き上げ速度で700mmまで育成した後、通常の方法でティル絞りを行って、育成を終了した。

【0034】育成後の結晶を結晶軸方向と平行に厚さ1.

5mmで切り出し、HFおよびHNO₃からなる混酸溶液中で加工歪を溶解除去し、さらに希HF溶液中に浸漬し、その後超純水でリンスし乾燥させた。これらのサンプル中の格子間酸素濃度をFT-IRによって測定したところ、 $11 \sim 13 \times 10^{17}$ atoms/cm³未満であった。これらのサンプルを、まず、乾燥酸素の雰囲気中で800℃×4hr+1000℃×16hrの熱処理した後、X線トポグラフによって結晶欠陥の発生状況を調べた。また、別のサンプルウェーハを1000ppm、CuNO₃水溶液中に浸漬し、自然乾燥したのち、窒素雰囲気中で900℃×20minの熱処理した。その後、HFおよびHNO₃からなる混酸溶液中に浸漬して、表層シリサイド層を約100μmエッチング除去した後、X線トポグラフによって、Cuデコレーションの分布を調べた。

【0035】図4は、実施例1において■線トポグラフで観察された結晶欠陥の分布状況を示す図であり、(a)はホットゾーンAで育成された結晶の欠陥分布を、(b)はホットゾーンBで育成された結晶の欠陥分布を示している。図4の縦軸には、ホットゾーンAでの引き上げ速度 (1.8mm/min~0.4mm/min) およびホットゾーンBでの引き上げ速度 (1.4mm/min~0.4mm/min) を表示している。

【0036】図5は、図4に示す引き上げ速度での伝熱解析によるV/G値のウェーハ面内の径方向の分布を示す図であり、(a)はホットゾーンAで育成された場合を、(b)はホットゾーンBで育成された場合を示している。図4および図5の結果から、V/G値が0.20mm²/℃・min以上である場合には、OSFリングの外側領域には析出促進領域および無欠陥領域が広がり、転位クラスタが発生しないことが確認できた。

【0037】さらに、別のサンプルを乾燥酸素雰囲気中で1100℃×16hrの熱処理をして酸化を行った。酸化膜をHF水溶液で除去したのち、ライトエッチング液で約5分選択エッチングを行い、OSFの発生状況を調査したが、OSFの発生は認められなかった。この結果から、酸素濃度が 13×10^{17} atoms/cm³未満である場合には、OSFリングの発生領域であってもOSFが発生しないことが確認された。

【0038】（実施例2）実施例1で用いた6" 単結晶の育成が可能なCZ炉を用いて、さらに単結晶の引上げを行った。単結晶の育成は2種のホットゾーンA、Bで行い、同じく、最大引き上げ速度は、ホットゾーンAで1.8mm/min、ホットゾーンBで1.4mm/minとした。坩堝回転を除く条件を実施例1と同様の条件で単結晶を育成した後、同様の要領によってこの結晶内の欠陥の発生状況を調査した。

【0039】図6は、実施例2において、実施例1と同じ方法で観察された欠陥の分布状況を示す図であり、(a)はホットゾーンAで育成された結晶、(b)はホットゾーンBで育成された結晶の欠陥分布を示している。これ

10

20

30

40

50

らの結晶中の格子間酸素濃度は、 $13 \sim 15 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ であった。OSFリングおよび転位クラスタの発生状況は、実施例1とほぼ同様であり、有意差は認められなかった。

【0040】次に実施例1と同じ方法で、結晶面におけるOSFの発生状況を調査した結果、ホットゾーンA、Bのいずれで育成された単結晶であっても、引き上げ速度が 1.0 mm/min 未満になると、OSFリングの発生領域にOSFの発生が認められた。これに対し、引き上げ速度が 1.0 mm/min 以上で育成された領域では、OSFの発生は認められなかった。以上の結果から、引き上げ速度が 1.0 mm/min 以上で育成する場合には、単結晶中の酸素濃度が $13 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上の場合であっても、OSFリングの発生領域でOSFを誘起することはないことが確認された。

【0041】

【発明の効果】本発明の方法によれば、単結晶ウェーハ面内のOSFリングの発生領域の外側には転位クラスタを発生させることなく、無欠陥領域とすることができる。しかも、結晶中に含有される酸素濃度にかかわらず、OSFリングの潜在核を形成させないので、OSFリングの発生領域であってもOSFを誘起させることがない。これにより、結晶欠陥が存在せず、デバイス特性に優れた単結晶*

* ウェーハを製造することができる

【図面の簡単な説明】

【図1】 ウェーハ中心からの径方向位置を横軸とし、 V/G 値を縦軸としてウェーハ面内に現れる欠陥分布を示す図である。

【図2】 OSFリングの半径を結晶半径の70%~0%の範囲内で、ほぼ一定の半径に発生させた場合の欠陥の分布状況を示す図である。

【図3】 実施例1で用いた2種のホットゾーンA、Bの V/G ($\text{mm}^2/\text{C} \cdot \text{min}$) 値を示す図である。

【図4】 実施例1において■線トポグラフで観察された結晶欠陥の分布状況を示す図である。

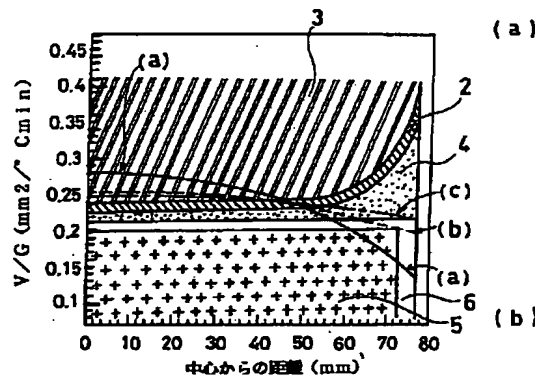
【図5】 図4に示す引き上げ速度での伝熱解析による V/G 値のウェーハ面内の径方向の分布を示す図である。

【図6】 実施例2において■線トポグラフで観察された結晶欠陥の分布状況を示す図である。

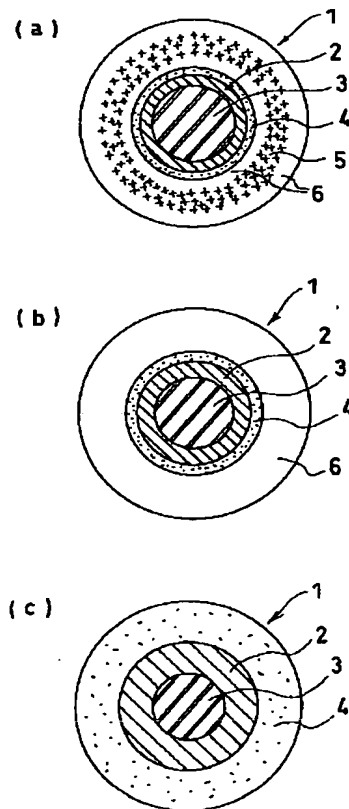
【符号の説明】

- 1 : ウェーハ、 2 : OSFリング
- 3 : OSFリングの内側領域
- 4 : 析出促進領域
- 5 : 転位クラスタ領域
- 6 : 無欠陥領域

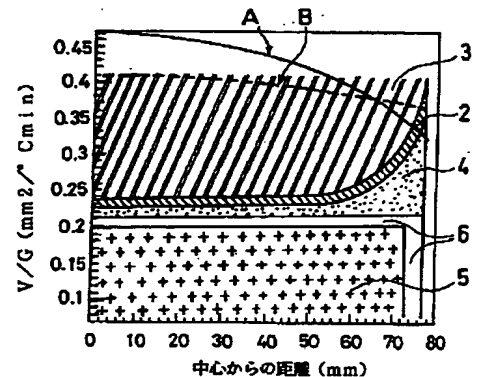
【図1】



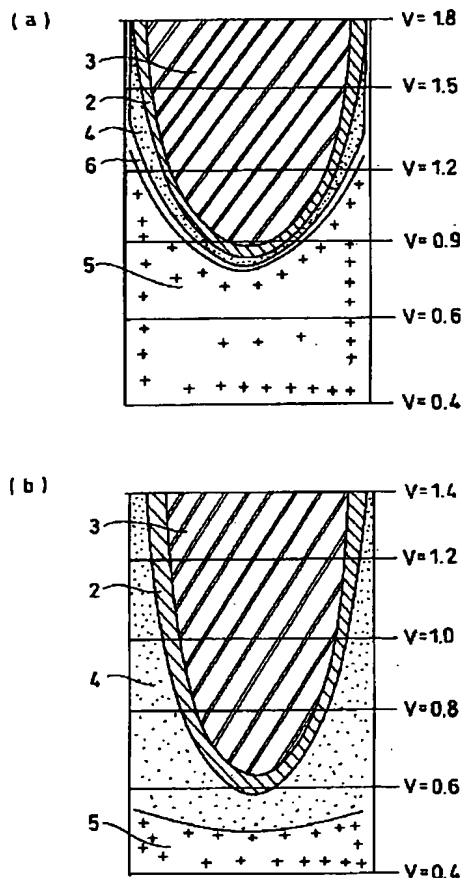
【図2】



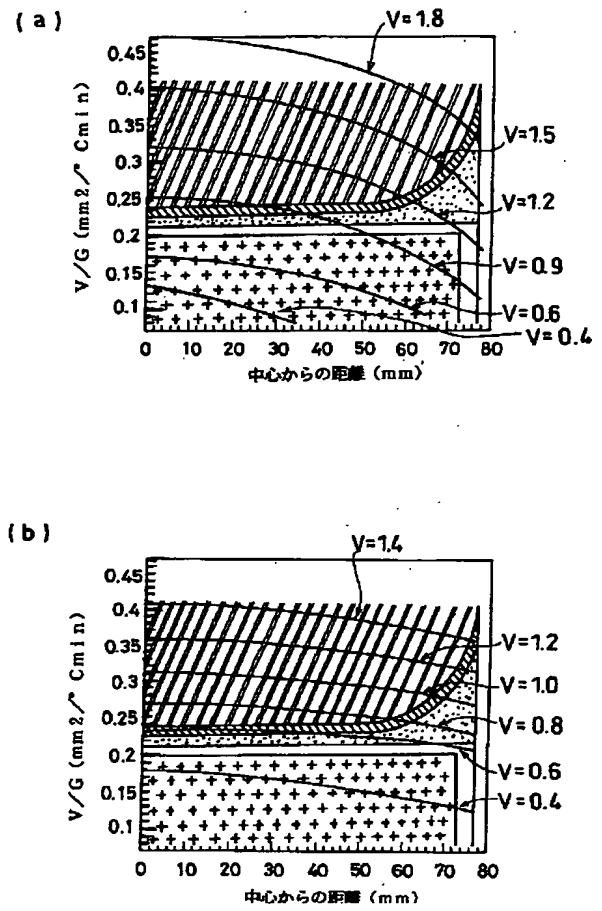
【図3】



【図 4】



【図 5】



【図 6】

